

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 2001019460  
PUBLICATION DATE : 23-01-01

APPLICATION DATE : 07-07-99  
APPLICATION NUMBER : 11192997

APPLICANT : SHIN ETSU CHEM CO LTD;

INVENTOR : MAKIKAWA SHINJI;

INT.CL. : C03B 37/014 G02B 6/00 G02B 6/18

TITLE : PRODUCTION OF BASE MATERIAL FOR GI TYPE OPTICAL FIBER AND PREFORM  
FOR GI TYPE OPTICAL FIBER THUS PRODUCED

ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for reliably producing a base material  
for a GI type optical fiber having a GI type profile.

SOLUTION: The base material for a GI type optical fiber is produced by subjecting a porous glass base material to at least heat treatment for shrinkage and then subjecting the heat-treated porous glass base material to heat treatment for sintering in an atmosphere containing fluorine. The heat treatment for shrinkage is carried out at a fixed temperature of 1,150 to 1,210°C, preferably with  $\pm 5^\circ\text{C}$  accuracy. The heat treatment for sintering is carried out at a fixed speed of 5 to 10 mm/min at the time when the porous glass base material passes through a heating source which its speed is pref. controlled to  $\pm 0.5$  mm/min accuracy.

COPYRIGHT: (C)2001,JPO

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
C 0 3 B 37/014		C 0 3 B 37/014	Z 2 H 0 5 0
G 0 2 B 6/00	3 5 6	G 0 2 B 6/00	3 5 6 A 4 G 0 2 1
6/18		6/18	

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願平11-192997	(71) 出願人	000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(22) 出願日	平成11年7月7日 (1999.7.7)	(72) 発明者	阿部 淳 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内
		(72) 発明者	江島 正毅 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内
		(74) 代理人	100102532 弁理士 好宮 幹夫
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 G I 型光ファイバ母材の製造方法及びこの方法で製造された G I 型光ファイバ母材

(57) 【要約】

【課題】 確実に G I 型のプロファイルを持つ光ファイバ母材を製造することができる G I 型光ファイバ母材の製造方法を提供する。

【解決手段】 少なくとも多孔質ガラス母材に収縮熱処理を施し、該収縮熱処理を施した多孔質ガラス母材にフッ素を含む雰囲気下の焼結熱処理を施す G I 型光ファイバ母材の製造方法において、前記収縮熱処理は、熱処理温度を 1150～1215℃とし、前記焼結熱処理は、多孔質ガラス母材が加熱源を通過する速度を 5～10 mm/min とする G I 型光ファイバ母材の製造方法。また、前記収縮熱処理は、熱処理温度を一定温度の±5℃以内に制御しつつ熱処理を行い、前記焼結熱処理は、前記多孔質ガラス母材が加熱源を通過する速度を一定速度の±0.5 mm/min 以内に制御しつつ熱処理を行う G I 型光ファイバ母材の製造方法。およびこの方法で製造された G I 型光ファイバ母材。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも多孔質ガラス母材に収縮熱処理を施し、該収縮熱処理を施した多孔質ガラス母材にフッ素を含む雰囲気下の焼結熱処理を施すG I型光ファイバ母材の製造方法において、

前記収縮熱処理は、熱処理温度を $1150\sim 1215^{\circ}\text{C}$ とし、前記焼結熱処理は、多孔質ガラス母材が加熱源を通過する速度を $5\sim 10\text{mm}/\text{min}$ とすることを特徴とするG I型光ファイバ母材の製造方法。

【請求項2】 少なくとも多孔質ガラス母材に収縮熱処理を施し、該収縮熱処理を施した多孔質ガラス母材にフッ素を含む雰囲気下の焼結熱処理を施すG I型光ファイバ母材の製造方法において、

前記収縮熱処理は、熱処理温度を一定温度の $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以内に制御しつつ熱処理を行い、前記焼結熱処理は、前記多孔質ガラス母材が加熱源を通過する速度を一定速度の $\pm 0.5\text{mm}/\text{min}$ 以内に制御しつつ熱処理を行うことを特徴とするG I型光ファイバ母材の製造方法。

【請求項3】 前記収縮熱処理は、温度を $1150\sim 1215^{\circ}\text{C}$ とすることを特徴とする請求項2に記載のG I型光ファイバ母材の製造方法。

【請求項4】 前記焼結熱処理は、多孔質ガラス母材が加熱源を通過する速度を $5\sim 10\text{mm}/\text{min}$ とすることを特徴とする請求項2または請求項3に記載のG I型光ファイバ母材の製造方法。

【請求項5】 請求項1ないし請求項4のいずれか1項に記載の方法で製造されたG I型光ファイバ母材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、G I型光ファイバ母材の製造方法およびG I型光ファイバ母材に関する。

## 【0002】

【従来の技術】例えばレーザーガイド用光ファイバとしては、フッ素をドーピングすることにより光ファイバの屈折率分布（プロファイル）を制御したフッ素ドーピングコアファイバが広く使われている。そして、このような光ファイバのプロファイルとしては、完全なステップ型プロファイルよりは、ステップの角が円くなったG I (Greaded Index) 型の方が特性上良いといわれている。

【0003】このG I型光ファイバは、ステップ型光ファイバに比べて、多モードの光パルス信号を一定時間内に大量に送る、高速・大容量の伝送に適しており、近年、特に需要が多くなっているものである。しかし、G I型光ファイバは、ステップ型光ファイバに比べてそのプロファイルを制御して製造することが難しく、製造に時間がかかり、生産性が低いことが欠点であった。

【0004】従来、フッ素をドーピングする光ファイバ母材の製造方法としては、以下の方法が行われていた。第1の方法としては、OVD法を利用する方法である。すなわち、図5に示すように、純シリカガラスから成る出発

母材4を作り（図5（1））、その外周にガラススート6を堆積させる（図5（2））。その際にガラススート6の嵩密度分布が所望のプロファイルに合うようにする。そして、フッ素を含む雰囲気を満たした加熱炉3中で脱水と焼結を同時に行い、クラッド部にフッ素をドーピングした光ファイバ母材1を製造する（図5（3））。

【0005】この方法は、所望のプロファイルを持つ大口径の母材を製造することができることが利点であるが、コアとクラッドの界面に不純物が残り易く低損失化できないことが欠点である。さらに製造工程が複雑になり、生産に長時間を要するという欠点がある。

【0006】第2の方法としてはVAD法を利用する方法がある。図6に示すように、通常のVAD法によって、シングルモード光ファイバ用のガラススート6を堆積させるのであるが、その際に、コア用バーナ7には原料としてSiCl<sub>4</sub>だけ流し、かつ堆積するコアスート5の嵩密度が非常に高くなるようにして、嵩密度分布がG I型になるようにする。その後、OVD法を利用する場合と同様にフッ素を含む雰囲気を通した加熱炉中で脱水と焼結を同時に行い、嵩密度にしたがって光ファイバ母材1のプロファイルがG I型になるようにする。

【0007】この方法ではOVD法に比べて生産速度が速く、簡単な工程で光ファイバ母材の生産を行える点が利点である。しかし、コアスートの嵩密度が非常に高いため、脱水処理のとき、脱水剤がコアスートの内部まで拡散できず、十分な脱水が不可能である点が欠点である。しかも、所望のG I型プロファイルに制御して光ファイバ母材を製造することが非常に難しいという欠点がある。

【0008】さらに、第3の方法として挙げられるのは、純粋シリカの多孔質ガラス母材をそのまま使用する方法である。この方法は、図4に示すように、まず多孔質ガラス母材2を加熱炉3内で脱水する（図4

（1））。次に、加熱炉3の温度を高くして（ $1300\sim 1400^{\circ}\text{C}$ ）、加熱炉3内を多孔質ガラス母材2を通過させることにより収縮熱処理を施し、多孔質ガラス母材2を収縮させる（図4（2））。この収縮熱処理により多孔質ガラス母材2の嵩密度は中心軸付近が高く、周縁部が低くなる。その後、加熱炉3内にフッ素を流して、加熱炉3内を多孔質ガラス母材2を通過させることにより（通過速度 $3\text{mm}/\text{min}$ ）、焼結熱処理を施してガラス化し、所望のプロファイルを持つ光ファイバ母材1を製造する（図4（3））。

【0009】このような方法であれば、上記2つの方法と異なり、簡単にG I型のプロファイルを持つ光ファイバ母材を製造することができる。しかし、この方法では収縮熱処理と焼結熱処理の熱処理条件を適切に定めることが重要となるが、従来はこの熱処理条件が明確に判明しておらず、経験的に決定された熱処理条件により熱処理が行われていた。そのため、図2に示すように嵩密度

が小さ過ぎて、フッ素がドーブされ過ぎてしまったり、あるいは図3に示すように収縮熱処理により嵩密度を大きくし過ぎてしまい、フッ素が全くドーブされなくなってしまうたりすることがしばしば起こり、歩留りの低下等を招いていた。

#### 【0010】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記問題点に鑑みなされたものであり、多孔質ガラス母材に収縮熱処理を施し、該収縮熱処理を施した多孔質ガラス母材にフッ素を含む雰囲気下の焼結熱処理を施すG I型光ファイバ母材の製造方法において、確実にG I型の所望のプロファイルを持つ光ファイバ母材を製造することができるG I型光ファイバ母材の製造方法を提供することを目的とする。

#### 【0011】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、本発明の請求項1に記載した発明は、少なくとも多孔質ガラス母材に収縮熱処理を施し、該収縮熱処理を施した多孔質ガラス母材にフッ素を含む雰囲気下の焼結熱処理を施すG I型光ファイバ母材の製造方法において、前記収縮熱処理は、熱処理温度を1150～1215℃とし、前記焼結熱処理は、多孔質ガラス母材が加熱源を通過する速度を5～10mm/minとすることを特徴とするG I型光ファイバ母材の製造方法である。

【0012】このように多孔質ガラス母材に収縮熱処理を施し、フッ素を含む雰囲気下の焼結熱処理を施すG I型光ファイバ母材の製造方法において、収縮熱処理は、熱処理温度を1150～1215℃とし、焼結熱処理は、多孔質ガラス母材が加熱源を通過する速度を5～10mm/minとすることにより、確実にG I型のプロファイルを持つG I型光ファイバ母材を製造することができる。

【0013】また本発明の請求項2に記載した発明は、少なくとも多孔質ガラス母材に収縮熱処理を施し、該収縮熱処理を施した多孔質ガラス母材にフッ素を含む雰囲気下の焼結熱処理を施すG I型光ファイバ母材の製造方法において、前記収縮熱処理は、熱処理温度を一定温度の±5℃以内に制御しつつ熱処理を行い、前記焼結熱処理は、前記多孔質ガラス母材が加熱源を通過する速度を一定速度の±0.5mm/min以内に制御しつつ熱処理を行うことを特徴とするG I型光ファイバ母材の製造方法である。

【0014】このように、多孔質ガラス母材に収縮熱処理を施し、フッ素を含む雰囲気下の焼結熱処理を施すG I型光ファイバ母材の製造方法において、収縮熱処理は熱処理温度を一定温度の±5℃以内に制御しつつ熱処理を行い、焼結熱処理は多孔質ガラス母材が加熱源を通過する速度を一定速度の±0.5mm/min以内に制御しつつ熱処理を行うことにより、確実にG I型のプロファイルを持つG I型光ファイバ母材を製造することがで

き、光ファイバ母材のプロファイル等のバラツキを減少させることができる。

【0015】この場合、請求項3に記載したように、前記収縮熱処理は、温度を1150～1215℃とすることが好ましい。このように収縮熱処理の温度を1150～1215℃とすれば、熱処理後の多孔質ガラス母材の嵩密度分布はより適当なものとなり、後の焼結熱処理でフッ素がドーブされ過ぎたり、ドーブ量が不足することなく、より確実にG I型のプロファイルを持つG I型光ファイバ母材を製造することができる。

【0016】この場合、請求項4に記載したように、前記焼結熱処理は、多孔質ガラス母材が加熱源を通過する速度を5～10mm/minとすることが好ましい。このように焼結熱処理において、多孔質ガラス母材が加熱源を通過する速度を5～10mm/minとすることにより、フッ素のドーブ量はより適量となり、その分布も所望のものとなって、より確実にG I型のプロファイルを持つG I型光ファイバ母材を製造することができる。

【0017】そして、請求項5に記載したように、本発明の方法で製造されたG I型光ファイバ母材は、正確に所望のG I型のプロファイルを持つ光ファイバ母材となるため、これを線引きして諸特性に極めて優れた光ファイバを得ることができる。

【0018】以下、本発明をさらに詳述するが本発明はこれに限定されるものではない。本発明者らは、多孔質ガラス母材に収縮熱処理を施し、収縮熱処理を施した多孔質ガラス母材にフッ素を含む雰囲気下の焼結熱処理を施すG I型光ファイバ母材の製造方法において、確実にG I型の所望プロファイルを持つ光ファイバ母材を製造することができる熱処理条件を見出し、諸条件を精査して本発明を完成するに至ったものである。

【0019】まず、多孔質ガラス母材の嵩密度を決定する条件について本発明者らが実験・調査を行ったところ、収縮熱処理においては熱処理温度を1150～1215℃とすることが良いことが判った。この温度は、従来の脱水熱処理よりやや高い温度であり、従来の収縮熱処理の温度より低い温度であるが、この温度範囲で収縮熱処理を施すことにより、後にフッ素を含む雰囲気下で焼結熱処理を施した際に、多孔質ガラス母材のコア部はフッ素がドーブされにくいように焼き絞めることができ、クラッド部はフッ素がドーブされやすいように低い嵩密度のまま保つことができ、所望のG I型プロファイルを持つ光ファイバ母材を得ることができることが判った。

【0020】また、上記収縮熱処理の後に行うフッ素を含む雰囲気下での焼結熱処理においては、多孔質ガラス母材が加熱炉内の加熱源を通過する速度が重要であり、その速度を5～10mm/minにすることが良いことが判った。この速度は、従来の製造方法における速度の1.5倍以上の速度であるが、この速度範囲の速度で多



孔質ガラス母材を、ヒータ等の加熱源を通過させることにより、雰囲気中のフッ素が多孔質ガラス母材のコア部にまで多くドーブされる前にガラス化を行うことができ、所望のG I型プロファイルを持つ光ファイバ母材を得ることができることが判った。

【0021】さらに本発明者らは、上記収縮熱処理においては熱処理温度を一定温度の $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以内に制御し、上記焼結熱処理においては多孔質ガラス母材が加熱源を通過する速度を一定速度の $\pm 0.5\text{mm}/\text{min}$ 以内に制御することが重要であることも見出した。これらの条件を上記のような精度で一定値に制御することにより、プロファイル等の品質のバラツキの少ないG I型光ファイバ母材を製造することができ、光ファイバ母材の製造歩留りを向上させることができる。

【0022】また、この場合においても前述のように、収縮熱処理の温度は $1150\sim 1215^{\circ}\text{C}$ とし、焼結熱処理においては多孔質ガラス母材が加熱源を通過する速度を $5\sim 10\text{mm}/\text{min}$ とすることにより、ガラス母材のコア部及びクラッド部にフッ素を過不足なくドーブすることが可能となり、バラツキのない正確に所望のプロファイルを持つ光ファイバ母材をさらに確実に製造することができる。本発明は、以上の技術的思想に基づき、諸条件を精査して、完成に至ったものである。

【0023】

【発明の実施の形態】次に、本発明の実施の形態について添付した図面に基づき説明するが本発明はこれに限定されるものではない。本発明の製造方法は、図4に示した方法で光ファイバ母材の製造を行い、その際に本発明の製造方法の条件で行えば良い。

【0024】まず、純粋シリカからなる多孔質ガラス母材2を用意する。この段階では多孔質ガラス母材2の嵩密度分布は一様であってよく、コア部もクラッド部も同じ嵩密度である。また、この多孔質ガラス母材2自体は、VAD法で製造しても良いし、OVD法等により製造しても良い。

【0025】そして、この多孔質ガラス母材2を加熱炉3内で脱水を行う(図4(1))。次に加熱炉3の温度を高くして収縮熱処理を施し、多孔質ガラス母材2を収縮させる(図4(2))。この際にその温度を一定温度の $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以内に制御しつつ熱処理を行い、その温度は $1150\sim 1215^{\circ}\text{C}$ とする。この場合、この収縮熱処理の雰囲気塩素ガス等を使用して脱水も同時に行っても良い。このようにして収縮熱処理を行うことにより、多孔質ガラス母材2は確実に所望のG I型の嵩密度分布となる。

【0026】その後、加熱炉3内にフッ素を含む雰囲気流し、多孔質ガラス母材2に焼結熱処理を施して焼結させる(図4(3))。この際に、多孔質ガラス母材2を加熱炉3の加熱源を通過する速度を一定速度の $\pm 0.5\text{mm}/\text{min}$ 以内に制御しつつ熱処理を行い、その速

度は $5\sim 10\text{mm}/\text{min}$ とする。フッ素を含む雰囲気としては、例えば $\text{SiF}_4$ と $\text{H}_2$ の混合ガス雰囲気等が挙げられる。このようにして焼結熱処理を行うことにより、多孔質ガラス母材2は適度にフッ素がドーブされ、確実に所望のG I型のプロファイルを持つ光ファイバ母材1となる。

【0027】

【実施例】次に本発明を実施例および比較例により説明するが、本発明はこれに限定されるものではない

(実施例) 図4に示す方法で光ファイバ母材1を製造した。まず、VAD法により多孔質ガラス母材2を作製した。回転している石英棒の下方から酸水素炎とともに原料ガラスを吹き付けて上方に引き上げ多孔質ガラス母材2を形成した。この段階ではガラス化は行わず、また多孔質ガラス母材2の嵩密度分布は一様であり、コア部もクラッド部も同じ嵩密度である。この多孔質ガラス母材2の直径は $170\text{mm}$ であり、嵩密度は $0.24\text{g}/\text{cm}^3$ であった。そして、この多孔質ガラス母材2を加熱炉3内で脱水を行った(図4(1))。

【0028】次に加熱炉3の温度を高くして収縮熱処理を施し、多孔質ガラス母材2を収縮させた(図4(2))。この際にその温度を一定温度の $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以内に制御しつつ熱処理を行い、その温度は $1210^{\circ}\text{C}$ とした。炉内には、 $5.0\text{L}/\text{min}$ の流量で $\text{He}$ を流し、多孔質ガラス母材の炉内加熱源通過速度は $4.0\text{mm}/\text{min}$ とした。

【0029】その後、加熱炉3内にフッ素を含む雰囲気流し、多孔質ガラス母材2に焼結熱処理を施して焼結させた(図4(3))。この際に、多孔質ガラス母材2を加熱炉3の加熱源を通過する速度を一定速度の $\pm 0.5\text{mm}/\text{min}$ 以内に制御しつつ熱処理を行い、その速度は $7.0\text{mm}/\text{min}$ とした。炉内には $3.25\text{L}/\text{min}$ で $\text{He}$ を、 $1.75\text{L}/\text{min}$ で $\text{SiF}_4$ をそれぞれ流し、炉内の温度は $1370^{\circ}\text{C}$ とした。

【0030】製造された光ファイバ母材のプロファイルを図1に示す。図1に示すように、この光ファイバ母材のプロファイルは確実にG I型のプロファイルになっていることが判る。

【0031】(比較例1) 収縮熱処理の温度を $1100^{\circ}\text{C}$ とし、この温度の $\pm 20^{\circ}\text{C}$ で制御しつつ熱処理を行った以外は実施例と同様にして光ファイバ母材を製造した。製造された光ファイバ母材のプロファイルを図2に示す。図2に示すように、この光ファイバ母材のプロファイルは、収縮熱処理の温度が低すぎたため、コア部とクラッド部の両方とも嵩密度が低いままであり、そのため両者に均一にフッ素がドーブされてしまい、コア部までクラッド部と同じ低い屈折率となってしまうことが判る。また、温度制御の精度が低かったため、同じ光ファイバ母材でも軸方向の位置によってプロファイルのバラツキがみられた。

【0032】(比較例2)収縮熱処理の温度を1220℃とし、この温度の±20℃で制御しつつ熱処理を行った以外は実施例と同様にして光ファイバ母材を製造した。製造された光ファイバ母材のプロファイルを図3に示す。図3に示すように、この光ファイバ母材のプロファイルは、収縮熱処理の温度が高すぎたため、コア部とクラッド部の両方とも嵩密度が高くなってしまい、そのため両者とも全くフッ素がドーパされず、クラッド部までコア部と同じ高い屈折率となってしまうことが判る。また、温度制御の精度が低かったため、同じ光ファイバ母材でも軸方向の位置によってプロファイルのバラツキがみられた。

【0033】尚、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

【0034】例えば、本発明の方法を実施するにあたっては、特別な装置は必要とされず、収縮熱処理の温度を一定温度の±5℃以内に制御しつつ熱処理を行うことができ、焼結熱処理においては、多孔質ガラス母材が加熱源を通過する速度を一定速度の±0.5mm/min以内に制御しつつ熱処理を行うことができるものであれば、どのようなものでも良く、本発明の方法に適用できるものである。

【0035】また、上記実施形態においては、クラッド部を1段しか設けなかったが、本発明はこれに限定されるものではなく、クラッド部を2段、3段と設けても良い。また、コアとクラッドの領域の比率を変更するため、さらにクラッドを重ねることも可能である。

【0036】

【発明の効果】以上説明したように、本発明は多孔質ガラス母材に収縮熱処理を施し、該収縮熱処理を施した多孔質ガラス母材にフッ素を含む雰囲気下の焼結熱処理を施すGI型光ファイバ母材の製造方法において、上記熱処理の条件を適切に決定したことにより、確実にGI型で所望のプロファイルを持つ光ファイバ母材を製造することができるようになる。そのため、GI型光ファイバ母材の製造における歩留り等を大幅に向上させることができるようになる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例で製造された光ファイバ母材のプロファイルを示した図である。

【図2】比較例1で製造された光ファイバ母材のプロファイルを示した図である。

【図3】比較例2で製造された光ファイバ母材のプロファイルを示した図である。

【図4】(1)～(3)は、純粋シリカの多孔質ガラス母材をそのまま使用して、GI型光ファイバ母材を製造する方法を示した図である。

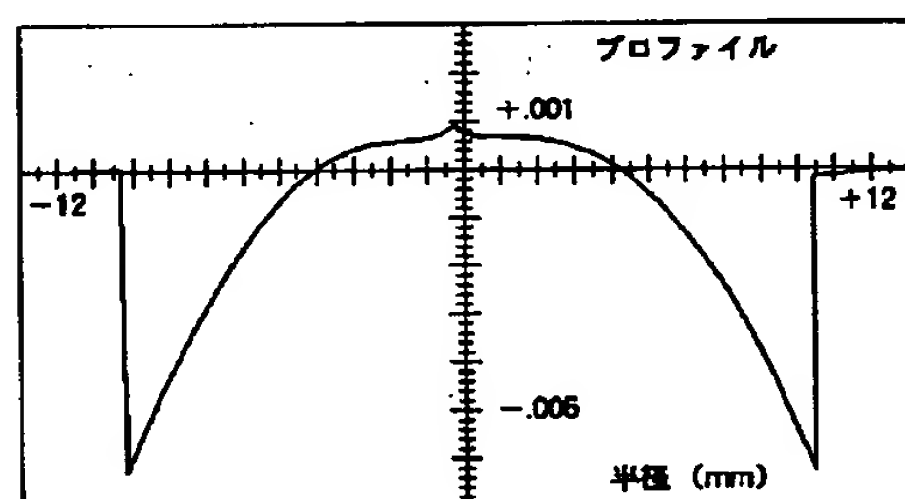
【図5】(1)～(3)は、OVD法を利用して、GI型光ファイバ母材を製造する方法を示した図である。

【図6】VAD法を利用して、GI型光ファイバ母材を製造する方法を示した図である。

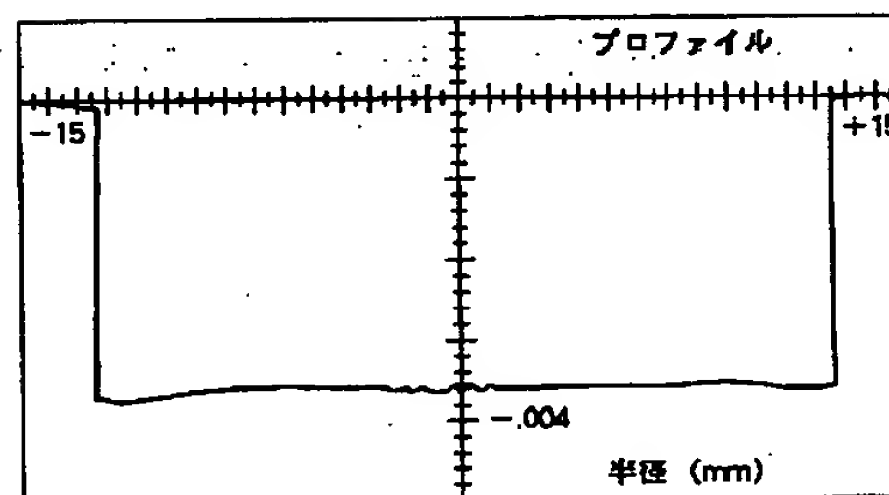
【符号の説明】

1…光ファイバ母材、 2…多孔質ガラス母材、 3…加熱炉、 4…出発母材、5…コアースト、 6…ガラスースト、 7…コア用バーナ、8…クラッド用バーナ。

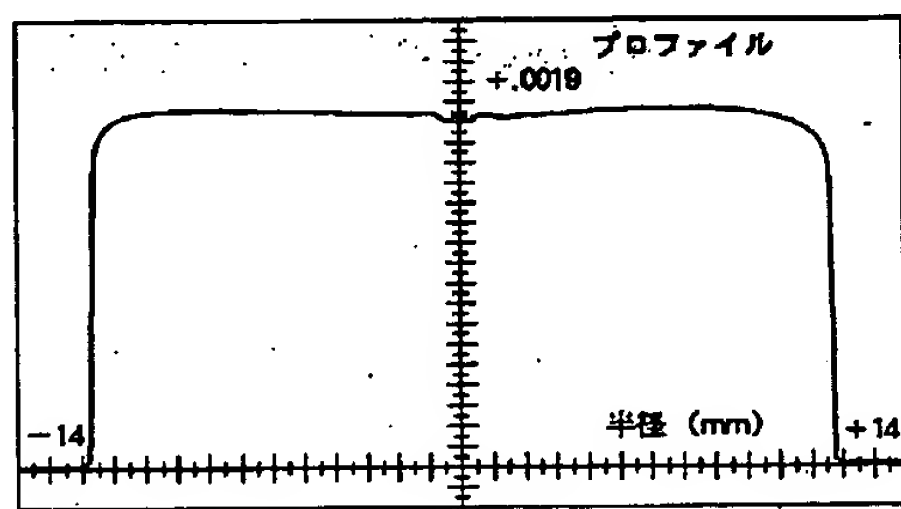
【図1】



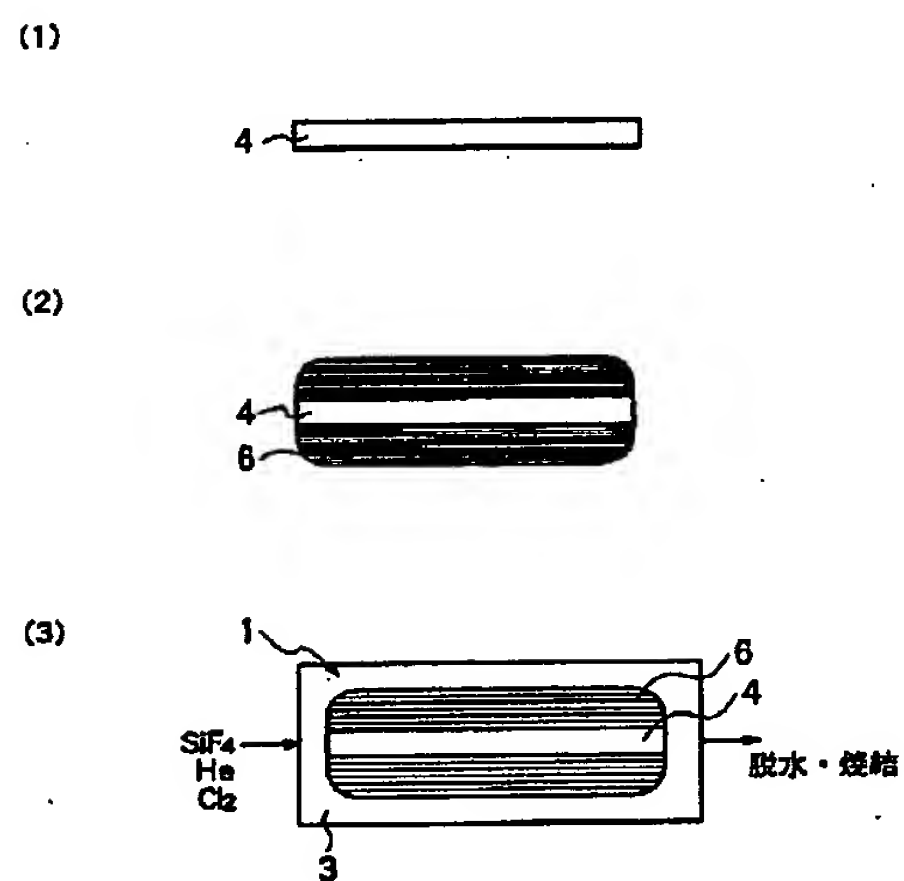
【図2】



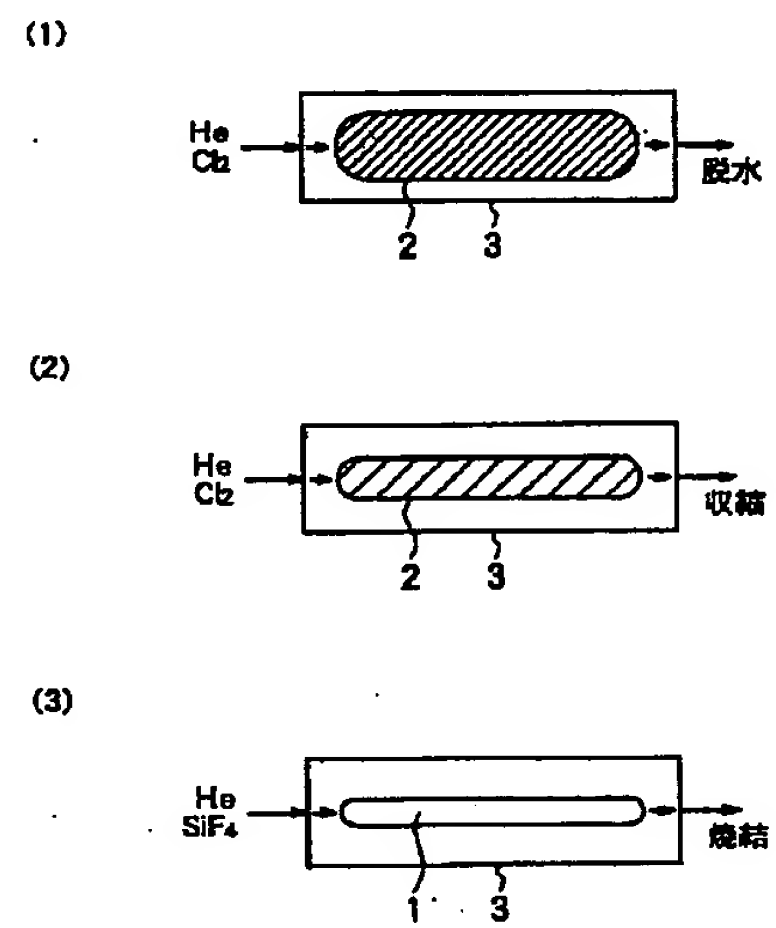
【図3】



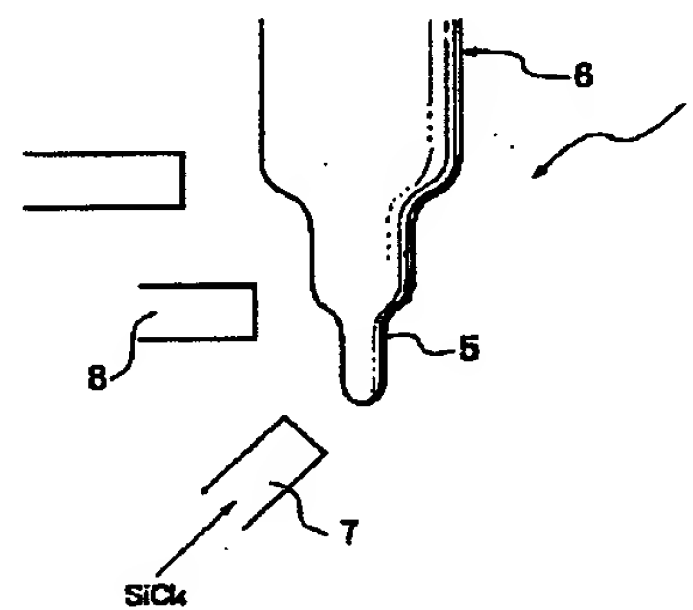
【図5】



【図4】



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 牧川 新二  
群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

Fターム(参考) 2H050 AA01 AB10Z AC05  
4G021 CA14